

**MANUFACTURE OF CERAMIC HEATER**

Patent Number: JP2000012194  
Publication date: 2000-01-14  
Inventor(s): ITO YASUTAKA  
Applicant(s):: IBIDEN CO LTD  
Requested Patent: ☐ JP2000012194 (JP00012194)  
Application Number: JP19980182882 19980629  
Priority Number(s):  
IPC Classification: H05B3/20 ; H05B3/14  
EC Classification:  
Equivalents:

**Abstract**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a ceramic heater, in which unevenness of a resistance value of a heater electrode layer in a substrate is reduced, and which can evenly heat a semiconductor wafer.

**SOLUTION:** A heater electrode layer 5 is formed on a green sheet made of aluminum nitride by using conductive paste P1 which contains monotungsten monocarbide particles, and then, a heat treatment process of the green sheet is carried out. In this process, the green sheet is heated at lower temperatures than a generation temperature of ditungsten monocarbide in an inert gas atmosphere. Then, a regular baking process for completely sintering the green sheet is carried out so that a ceramic heater 1 is completed.

Data supplied from the esp@cenet database - 12

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-12194

(P2000-12194A)

(43) 公開日 平成12年1月14日 (2000.1.14)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	ターコード* (参考)
H 0 5 B 3/20	3 2 8	H 0 5 B 3/20	3 2 8 3 K 0 3 4
3/14		3/14	B 3 K 0 9 2

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願平10-182882

(22) 出願日 平成10年6月29日 (1998.6.29)

(71) 出願人 000000158

イビデン株式会社

岐阜県大垣市神田町2丁目1番地

(72) 発明者 伊藤 康隆

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1の1 イビデン  
株式会社大垣北工場内

(74) 代理人 100068755

弁理士 恩田 博宣

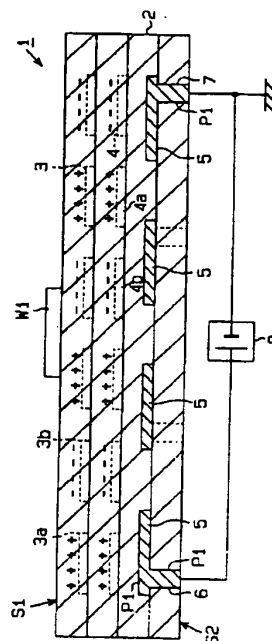
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セラミックヒータの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 ヒータ電極層の抵抗値の基板内ばらつきが小さくて、半導体ウェハを均一に加熱できるセラミックヒータを提供すること。

【解決手段】 一炭化一タングステン粒子を含む導電性ペーストP1を用いて、窒化アルミニウム製のグリーンシートにヒータ電極層5を形成する。次いで、グリーンシートの熱処理工程を行う。この工程では、不活性ガス雰囲気下にて一炭化二タングステンの生成温度よりも低い温度域でグリーンシートを加熱する。その後、グリーンシートを完全に焼結させる本焼成工程を行い、セラミックヒータ1を完成する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】窒化アルミニウム製の焼結体からなる基板にヒータ電極層が形成されたセラミックヒータを製造する方法において、

一炭化一タングステン粒子を含む導電性ペーストを用いて、窒化アルミニウム製のグリーンシートに前記ヒータ電極層を形成し、次いで前記グリーンシートを非酸化性雰囲気下にて本焼成時よりも低い温度域で加熱する熱処理工程を行った後、前記グリーンシートを完全に焼結させる本焼成工程を行うことを特徴とするセラミックヒータの製造方法。

【請求項2】前記熱処理工程は、一炭化二タングステンが生成する温度よりも低い温度域で行われることを特徴とする請求項1に記載のセラミックヒータの製造方法。

【請求項3】前記熱処理工程は、250℃～1220℃の範囲内で行われることを特徴とする請求項1に記載のセラミックヒータの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、静電チャック等に用いられるセラミックヒータの製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】半導体製造プロセスにおいては、シリコン等からなる半導体ウェハを固定した状態でエッチングやスパッタリング等の工程が行われる。そして、かかる場合にはチャック装置と呼ばれる固定手段が用いられる。チャック装置の例としては、従来より、半導体ウェハを把持具で機械的に把持するものや、半導体ウェハを真空引きにより吸着するものが知られている。しかしながら、機械式チャックには半導体ウェハにおいて把持具が当接している箇所に傷が付きやすいという欠点があり、真空チャックには真空環境下での使用に適さないという欠点がある。このため、近年では静電気の力を利用して半導体ウェハを吸着することにより、上記の欠点を解消せんとした静電チャックが提案されるに至っている。

【0003】静電チャックを構成する基板の材料としては、以前まではポリイミド等の樹脂が用いられていた。しかしながら、近年では耐熱性の向上のためにアルミナ等のセラミックス焼結体が用いられるようになってきている。

【0004】セラミックス焼結体のなかでも、例えば窒化アルミニウム焼結体を選択すれば、耐熱性のさらなる向上ばかりでなく、熱伝導性や耐プラズマ性に優れた静電チャックが実現可能であるとして大きな期待が寄せられている。ここで、窒化アルミニウム製の静電チャックを製造する際の手順を簡単に説明する。

【0005】まず、窒化アルミニウム粒子を含むスラリーを調製するとともに、そのスラリーを用いてグリーン

シートをシート成形する。得られたグリーンシートに必要に応じてスルーホール形成用孔を透設した後、タングステン(W)粒子を含む導電性ペーストを印刷・充填する。その結果、グリーンシートにはヒータ電極層及びスルーホール内導体層が形成される。印刷・充填工程を経た複数枚のグリーンシートを積層して一体化した後、そのグリーンシート積層体を700℃以下の温度で所定時間加熱処理して脱脂する。次に、脱脂工程を経たグリーンシート積層体を、窒素等の不活性ガス雰囲気下にて1400℃～1600℃まで加熱することにより仮焼成を行う。その後、仮焼成されたグリーンシート積層体を1700℃以上の温度でホットプレスにより本焼成して完全に焼結させる。この後、外形加工、面出し、コーティング、ピンろう付け等の諸工程を経て、所望の静電チャックが完成するようになっている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】ところで、タングステン(W)にはいくつかの炭化物(WC：一炭化一タングステン、W<sub>2</sub>C：一炭化二タングステン等)が存在し、一般にこれらの化合物はタングステン単体に比べて比抵抗の値が大きいことが知られている。即ち、Wの比抵抗は $6 \times 10^{-8} \Omega \text{cm}$ であるのに対し、WCの比抵抗は $19 \times 10^{-8} \Omega \text{cm}$ 、W<sub>2</sub>Cの比抵抗は $53 \times 10^{-8} \Omega \text{cm}$ だからである。

【0007】しかし、グリーンシート積層体が仮焼成時に1400℃～1600℃という温度に遭遇すると、シート内にてバインダ等として含まれる炭素分や仮焼雰囲気中の二酸化炭素などに導電性ペースト中のWが反応し、W<sub>2</sub>Cの生成につながってしまう。そして、このような炭化反応に起因するW<sub>2</sub>Cの生成は、ヒータ電極層の抵抗値の増大をもたらす。しかも、前述した炭化反応の進行度合いは、一般的に基板の外周領域と中心領域とで異なる。そして、このようなグリーンシートにおける不均一な炭化反応は、ヒータ電極層の抵抗値の基板内ばらつきをもたらす要因となる。

【0008】さらに、グリーンシート積層体の本焼成時においては、窒化アルミニウムの焼結に伴って酸化反応(別の言い方をすると脱炭素反応)が起こる。すると、酸素との反応によってW<sub>2</sub>C中の炭素分が一酸化炭素(CO)ガスと化して、いったん炭化したW中における炭素原子の割合が低下するような変化が起こる。ただし、このような酸化反応の進行度合いも基板の外周領域と中心領域とで異なるため、これがヒータ電極層の抵抗値の基板内ばらつきをいっそう助長させる要因になりうる。

【0009】そのため、窒化アルミニウム製の焼結体からなる基板にヒータ電極層を形成した静電チャックを製造した場合、ヒータ電極層に通電したとしても、正確に温度制御することは難しいものと予想されていた。従って、窒化アルミニウムという優れた材料を用いているに

もかわらず、半導体ウェハを均一に加熱することができず、高品質の半導体の製造が期待できないと考えられていた。

【0010】本発明は上記の課題を解決するためなされたものであり、その第1の目的は、ヒータ電極層の抵抗値の基板内ばらつきが小さくて、半導体ウェハを均一に加熱することができるセラミックヒータを製造する方法を提供することにある。

【0011】本発明の第2の目的は、さらにヒータ電極層の抵抗値が小さいセラミックヒータを製造する方法を提供することにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】上記の課題を解決するために、請求項1に記載の発明では、窒化アルミニウム製の焼結体からなる基板にヒータ電極層が形成されたセラミックヒータを製造する方法において、一炭化タングステン粒子を含む導電性ペーストを用いて、窒化アルミニウム製のグリーンシートに前記ヒータ電極層を形成し、次いで前記グリーンシートを非酸化性雰囲気下にて本焼成時よりも低い温度域で加熱する熱処理工程を行った後、前記グリーンシートを完全に焼結させる本焼成工程を行うことを特徴とするセラミックヒータの製造方法をその要旨とする。

【0013】請求項2に記載の発明は、請求項1において、前記熱処理工程は、一炭化二タングステンが生成する温度よりも低い温度域で行われることとした。請求項3に記載の発明は、請求項1において、前記熱処理工程は、250℃～1220℃の範囲内で行われることとした。

【0014】以下、本発明の「作用」を説明する。まず、請求項1に記載の発明の作用について説明する。この発明では、いくつかあるタングステン炭化物のなかで最も比抵抗の小さい一炭化タングステン(WC)粒子を含む導電性ペーストをあらかじめ用いて、グリーンシートにヒータ電極層を形成している。このような導電性ペーストを用いて熱処理工程を行えば、粒子中に炭素分を全く含まない従来の導電性ペーストに比較して、グリーンシートにおける不均一な炭化反応が起こりにくい。この後、グリーンシートは非酸化性雰囲気下にて本焼成時よりも低い温度域で加熱され、シート中に含まれる有機物が分解・除去される。その結果、本焼成を行うのに適した状態のグリーンシートが得られ、これを本焼成することによりヒータ電極層の抵抗値の基板内ばらつきが小さい窒化アルミニウム製の焼結体を得ることができる。そして、このようにして製造されたセラミックヒータによれば、ヒータ電極層への通電によりセラミックヒータの表面における温度制御を正確に行うことができるようになる。従って、半導体ウェハを均一に加熱することが可能となり、高品質の半導体の製造にとって好適なものとなる。また、本発明の製造方法によれば、仮焼成

時における不活性ガスの供給量を大幅に減らすことができ、経済的である。

【0015】また、本発明のセラミックヒータは窒化アルミニウム製の基板からなるものであるため、格段に耐熱性に優れかつ、耐久性や耐プラズマ性にも優れている。さらに、窒化アルミニウム製の基板は熱伝導率が大きくて均熱性にも優れるため、高品質の半導体の製造に適している。しかも、窒化アルミニウムは熱膨張係数が小さいことからパーティクルを発生させにくく、半導体の製造時に汚染を引き起こす心配もない。

【0016】請求項2に記載の発明によると、ヒータ電極層が形成されたグリーンシートの熱処理工程を、一炭化二タングステン(W<sub>2</sub>C)の生成温度よりも低い温度域で行うことで、WCがそれよりも比抵抗の大きなW<sub>2</sub>Cに変化することが防止される。よって、ヒータ電極層の抵抗値の基板内ばらつきが小さくなるばかりでなく、さらにその抵抗値自体を小さく維持することができる。

【0017】次に請求項3に記載の発明の作用について説明する。図2のグラフは、各種タングステン炭化物とのC-W特性を示している。このグラフによれば、約1220℃を超える温度域になると、急激に炭化反応が進行する結果、W<sub>2</sub>Cが安定的に生成されるようになることがわかる。その点、請求項3に記載の発明では、熱処理工程を250℃～1220℃という好適な温度範囲内で行っている。

【0018】従って、請求項1、2に記載の発明の作用に加え、導電性ペースト中におけるW<sub>2</sub>Cの生成を回避しつつ、確実にグリーンシートの脱脂またはネック焼結(さらにはその両方)を達成することができる。その結果、グリーンシート仮焼体に好適なハンドリング性が付与される。また、1220℃以下の温度であれば、熱処理工程に要するトータル時間も比較的短くて済むため、従来に比べて生産性の向上を図ることも可能である。

【0019】

【発明の実施の形態】以下、本発明を具体化した一実施形態の静電チャック1及びその製造方法を図1～図6に基づき詳細に説明する。

【0020】図1には、本実施形態の静電チャック1が示されている。この静電チャック1を構成している多層基板2は、円盤状をした窒化アルミニウム製の焼結体からなる。多層基板2の内層には、第1のチャック電極層3、第2のチャック電極層4及びヒータ電極層5が形成されている。第1のチャック電極層3は、多層基板2において最もチャック側面S1(図1においては上側面)に位置している。第2のチャック電極層4は第1のチャック電極層3の下層に位置し、ヒータ電極層5はさらにその下層に位置している。

【0021】第1のチャック電極層3は、櫛歯状に形成された正極部3aと、同じく櫛歯状に形成された負極部3bとからなる。正極部3aと負極部3bとは交互に配

置されている。第2のチャック電極層4も、同様に歯状に形成された正極部4a及び負極部4bとからなる。正極部4aと負極部4bとは交互に配置されている。なお、正極部3a、4a同士、負極部3b、4b同士は、多層基板2の厚さ方向に重なり合った状態で配置されている。このようなチャック電極層3、4には、図示しない直流電源から図示しない配線を介して直流電流が通電される。その結果生じる静電チャック力により、静電チャック1のチャック側面S1に半導体ウェハとしてのシリコンウェハW1が吸着されるようになっている。

【0022】導電性ペーストP1を用いて形成されるヒータ電極層5は、複数かつ略円弧状であって、多層基板2において同心円上に形成されている。各々のヒータ電極層5の端部には、非チャック側面S2との層間接続を図るためにスルーホール6、7（詳細にはスルーホール内導体層）が接続されている。正極側のスルーホール6の端面には、配線を介して直流電源8のプラス側が接続されている。負極側のスルーホール7の端面には、同じく配線を介して直流電源8のマイナス側が接続されている。これら一対のスルーホール6、7を介してヒータ電極層5への通電を行うと、ヒータ電極層5が発熱して、静電チャック1全体の温度が上昇する。その結果、チャック側面S1にチャックされているシリコンウェハW1が加熱されるようになっている。スパッタリング装置用である本実施形態の静電チャック1は、通電により500℃程度の温度まで加熱される。これがCVD用である場合には、通電により800℃程度の温度まで加熱される。

【0023】次に、本実施形態の静電チャック1を製造する手順について説明する。まず、グリーンシートの作製について述べる。グリーンシートは、窒化アルミニウム粉末を主成分として含むスラリーをドクターブレード法にてシート成形することにより作製される。得られたグリーンシートの所定位置には、必要に応じて、ドリル加工あるいは打ち抜き加工等によりスルーホール形成用孔が形成される。穴あけ加工を経たグリーンシートには、以下に示すようなWC粒子を含む導電性ペーストP1が印刷される。

【0024】ここで、本実施形態で用いられる導電性ペーストP1について述べる。この導電性ペーストP1は、導電性粒子としてWC粒子、分散溶媒、分散剤等を含むものである。

【0025】前記WC粒子としては平均粒径が0.5μm～10μm程度のものが使用される。平均粒径が0.5μm未満では単位重量当たりの粒子表面積が増大し、これら微細粒子をゾル化させるための分散溶媒がより多く必要となる。そのため、ペーストの高濃度化が図れなくなるおそれがあるからである。一方、平均粒径が10μmを超えると、スルーホール形成用孔内への充填性が悪くなるとともに、導電性粒子間の接点が少なくなる。

そのため、スルーホール内導体層の電気抵抗を増大させるおそれがある。

【0026】前記分散溶媒としては、α-テルピネオールやグリコール等が挙げられる。これらの物質は、単独で使用されてもよいほか、二種以上混合して使用されてもよい。分散溶媒の配合割合は、WC粒子100重量部に対し、2～10重量部の範囲が好適である。この配合割合が2重量部未満であると、WC粒子を均一に分散してゾル状ペーストを得ることが難しくなるおそれがあるからである。逆に、この配合割合が10重量部を超えると、ペーストP1中におけるWC粒子の含有率が低下し、乾燥後におけるスルーホール内導体層の電気抵抗を増大させるおそれがあるからである。

【0027】前記分散剤としては、例えば脂肪族アミン塩、芳香族アミン塩、複素環アミン塩、アルキルアミン、ポリアルキレンポリアミン誘導体等のアニオン系分散剤や、エステル型、エステルエーテル型、エーテル型、含窒素型等のノニオン系分散剤が挙げられる。これらの物質は、単独で使用されてもよいほか、二種以上混合して使用されてもよい。前記導電性粒子との親和性がよくないカチオン系分散剤は分散剤としては適当ではないため、このようなものを使用するとWC粒子の分散性をかえって悪くするおそれがある。また、分散剤は前記分散溶媒に溶解可能である必要がある。そして、分散剤を配合することにより、全体として低粘度化される。

【0028】以上のようなWC粒子、分散溶媒、分散剤等を均一に混合してなる混合物は、三本ロール混合機等で混練されることにより、所定の粘度及び密度の範囲に調整された導電性ペーストP1となる。

【0029】引き続き行われるペースト印刷工程では、まず穴あけ工程を経たグリーンシートを一枚ずつ印刷装置にセットして、印刷面にメタルマスクを配置する。この状態で上記の導電性ペーストP1を印刷により充填し、スルーホール形成用孔内にスルーホール内導体層があるスルーホール6、7を形成する。次いで、スルーホール印刷がなされたグリーンシートを今度はスクリーン印刷機にセットし、印刷面にスクリーンマスクを配置する。この状態で上記の導電性ペーストP1をパターン印刷することにより、グリーンシート表面にチャック電極層3、4やヒータ電極層5を形成する。なお、導電性ペーストP1はスルーホール印刷用のものとパターン印刷用のものとで同じ組成・密度でもよいほか、若干異なる組成・密度であっても構わない。

【0030】次に、ペースト印刷工程を経た複数枚のグリーンシートを位置決めして重ね合わせ、この状態で所定圧力にて真空プレスを行う。その結果、各グリーンシートが一体化し、グリーンシート積層体が形成される。そして、得られたグリーンシート積層体を、常圧下にて数十℃～百数十℃の温度で所定時間加熱することにより乾燥させる。もっとも、乾燥工程は積層工程の実施前に

行われてもよい。

【0031】乾燥工程を経たグリーンシート積層体は、本焼成工程の前にあらかじめ下記のような熱処理工程に付される。本実施形態における熱処理工程とは、非酸化性雰囲気下にて本焼成時よりも低い温度域でグリーンシート積層体を加熱することを行うものである。

【0032】非酸化性雰囲気下にて加熱をする理由は、酸化性雰囲気下にて加熱を行った場合、窒化アルミニウムやWCが雰囲気中の酸素と反応してしまう不都合があるからである。本実施形態では、窒素やハロゲンガス等のような不活性ガス雰囲気下、または真空中にて加熱が行われる。

【0033】本焼成時の温度とは通常は1700℃以上の温度を指す。よって、ここではその温度よりも低い温度域、より具体的にはW<sub>2</sub>Cが安定して生成する温度よりも低い温度域(1220℃以下の温度域)で加熱が行われる必要がある。1220℃を超える温度域では、急激に炭化反応が進行する結果、W<sub>2</sub>Cが安定的に生成されてしまうので、これを回避するためである(図2参照)。

【0034】また、熱処理工程は、少なくとも250℃以上の温度にて行われることが望ましい。250℃未満の温度で処理を行った場合、グリーンシート積層体を十分に脱脂することできず、残炭量の低減につながらないからである。

【0035】従って、本実施形態では熱処理工程を250℃～1220℃という好適な温度範囲内で行うこととしている。その場合における熱処理工程としては、温度キープを一回のみ行う一段階処理のほか、温度キープを複数回行う多段階処理(二段階処理、三段階処理など)を採用することができる。

【0036】例えば、二段階処理を採用した場合、250℃～700℃の範囲内で所定時間の温度キープを行う脱脂過程と、前記脱脂過程に引き続いて900℃～1220℃の範囲内で所定時間の温度キープを行う仮焼成過程とを行うことがよい。

【0037】一段階処理を採用した場合、少なくとも900℃～1220℃の範囲内のみで所定時間の温度キープを行う仮焼成過程を行うことがよい。なお、脱脂過程における加熱温度は250℃～700℃、より好ましくは300℃～600℃、さらに好ましくは350℃～500℃である。仮焼成過程の加熱温度は900℃～1220℃、より好ましくは1000℃～1200℃、さらに好ましくは1100℃～1200℃である。仮焼成過程の加熱温度が低すぎると、窒化アルミニウムがネック焼結できず、脆弱なグリーンシート仮焼体を得られる結果となる。よって、本焼成用の焼成炉に移送する際にグリーンシート仮焼体の変形したり崩れたりする等、ハンドリング性が悪くなり、歩留まりを低下させる原因となる。逆に、仮焼成過程の加熱温度が高すぎると、ネック

焼結に関する問題が解消される反面、W<sub>2</sub>Cが安定生成温度域に入る確率が高くなる。

【0038】また、熱処理工程の開始時における昇温速度は1℃/分以下、より好ましくは0.1℃/分～1℃/分、さらに好ましくは0.2℃/分～0.8℃/分であることがよい。その理由は、かかる昇温速度が速すぎると、一段階処理を採用したときに充分な脱脂が達成されなくなるおそれがあるからである。逆に、昇温速度が遅すぎると、熱処理工程に要するトータル時間が長くなり、生産性の低下を来す原因につながるからである。

【0039】その後、熱処理工程を経て得られたグリーンシート仮焼体をつば内に入れるとともに、必要に応じてその周囲をセッターで包囲する。この状態のつばを焼成炉内にセットし、常法に従い1700℃以上の温度にて所定時間かつ所定圧力でのホットプレス焼成を実施する。その結果、窒化アルミニウム及び導電性ペーストP1が完全に同時焼結し、ヒータ電極層5等を備える窒化アルミニウム製の多層基板2が形成される。

【0040】この後、研削機等を用いて多層基板2の外形加工及び面出し加工を行うとともに、常法に従ってコーティング及びI/Oピンのろう付け等の諸工程を実施する。その結果、図1に示されるような所望の静電チャック1が完成する。

【0041】以下に本実施形態の実施例及び比較例を紹介する。

【0042】

【実施例及び比較例】【実施例1】まず、実施例1の試験サンプルの作製手順について説明する。グリーンシート作製のスラリーとして、平均粒径が約1.0μmの窒化アルミニウム粉末に対して、焼結助剤としての酸化イットリウム粉末、アクリル系バインダ、分散剤及び可塑剤を配合し、均一に混練してスラリーとした。そして、このスラリーをドクターブレード法にてシート成形することにより、グリーンシートを作製した。グリーンシートの所定位置には、打ち抜き加工によりスルーホール形成用孔(内径1.0mm～3.0mm)を透設した。

【0043】平均粒径が2.5μmかつ比抵抗が53×10<sup>-8</sup>ΩcmであるWC粒子5000gに、ジエチレングリコールに50重量%のアクリルバインダを配合した混合溶媒を200g、分散剤を5.0g配合してなる混合物を作製した。この混合物を三本ローラー混合機を使用して23℃にて1時間混練し、粘度が100000cps～150000cpsの導電性ペーストP1を調製した。

【0044】穴あけ工程を経たグリーンシートに対し、スルーホール形成用孔及びその周辺部のみを露出させるメタルマスクを配置し、このメタルマスクの上から導電性ペーストP1をローラー印刷した。

【0045】ローラー印刷によるスルーホール印刷の後、スクリーンマスクを配置した状態で同導電性ペースト

トP1を用いたスクリーン印刷を行うことにより、グリーンシートの表面にチャック電極層3、4及びヒータ電極層5を形成した。次いで、印刷工程を経たグリーンシートを、常圧下にて窒素を吹き付けながら50℃で1時間予備乾燥した。

【0046】次に、ペースト印刷工程を経た複数枚のグリーンシートを位置決めして重ね合わせ、この状態で所定圧力にて真空プレスを行うことにより、グリーンシート積層体を形成した。

【0047】このようにして得られたグリーンシート積層体を、窒素雰囲気下にて二段階処理による熱処理工程を行った。具体的には、開始時における昇温速度を0.8℃/分程度に設定して、仮焼成炉によりグリーンシート積層体を700℃まで加熱し、その温度で約1時間温度キープした(脱脂過程)。次いで、脱脂されたグリーンシート積層体を昇温速度を1.0℃/分程度でさらに1200℃まで加熱し、その温度で約10時間温度キープした(仮焼成過程)。その後、脱脂及びネック焼結が施されたグリーンシート積層体(即ちグリーンシート仮焼体)を常温付近の温度まで冷却した。

【0048】仮焼成炉からグリーンシート仮焼体を取り出した後、今度はそれを黒鉛製のるつば内に收容し、かつ本焼成用のホットプレス焼成炉内にセットした。そして、窒素雰囲気下にて100kg/cm<sup>2</sup>～300kg/cm<sup>2</sup>の加圧条件でホットプレス焼成を行った。このようなホットプレスによる本焼成では、10℃/分～20℃/分の昇温速度で1700℃～1900℃まで昇温し、その焼成温度にて1時間～5時間保持することとした。

【0049】本焼成の終了後にるつばから焼結体、即ち窒化アルミニウム製の多層基板2を取り出して外形加工及び面出し加工を行うとともに、コーティング及びI/Oピンのろう付け等の諸工程を実施し、静電チャック1を完成させた。

【0050】そして、完成した実施例1における静電チャック1の試験サンプルの特性評価を行うため、基板内の複数の位置(具体的には16箇所)におけるヒータ電極層5の抵抗値を測定し、その平均値を求めた。また、最大抵抗値及び最小抵抗値の測定結果に基づき、ヒータ電極層5の抵抗値ばらつき(最大抵抗値を最小抵抗値で割った値×100と定義する。)を求めた。そのデータを図3のグラフにて黒丸●で示す。同グラフにおいて、基板内位置とは円盤状の多層基板2における任意の直径を16等分したときの各々の分割位置を指している。

【0051】その結果によると、最大抵抗値は約0.58Ω、最小抵抗値は約0.45Ω、平均値は約0.51Ω、抵抗値ばらつきは約12.9%であった。また、基板内位置における外周領域と中心領域とを比較しても、ヒータ電極層5の抵抗値に顕著な差異がみられなかった。

【0052】次に、ヒータ電極層5の部分における成分を分析すべく、X線解析装置(理学電機社製)を用いて

X線解析を行った。その結果を図4のグラフに示す。X線解析の条件はグラフに記載した通りである。○はWCの存在に対応して出現するピーク、△はW<sub>2</sub>Cの存在に対応して出現するピーク、×は窒化アルミニウム(AlN)の存在に対応して出現するピークである。

【0053】図4のグラフによると、WCの存在に対応して出現する大きなピークが3箇所に見られ、かつAlNの存在に対応して出現する大きなピークが5箇所に見られる。その反面、W<sub>2</sub>Cの存在に対応して出現するピークは殆ど見られず、仮にあったとしてもその大きさはWC、AlNのピークに比べて無視できる程度に小さかった。以上の結果から、実施例1の試験サンプルにおけるヒータ電極層5は、W<sub>2</sub>Cを殆ど含まず、ほぼWCからなるものであることが実証された。

【実施例2】実施例2における静電チャック1の試験サンプルは、平均粒径が0.9μmであるWC粒子を用いて導電性ペーストP1を作製した点を除き、基本的に実施例1と同一の材料・方法により作製されたものである。

【0054】上記の特性評価試験を実施例2について行ったところ、最大抵抗値、最小抵抗値、平均抵抗値及び抵抗値ばらつきに関し、実施例1とはほぼ同様の結果が得られた。また、基板内位置における外周領域と中心領域とを比べても、ヒータ電極層5の抵抗値に顕著な差異はみられなかった。

【0055】図5には、X線解析を用いた成分分析の調査結果が示されている。図5のグラフによると、その大きさは若干相違してはいるものの、図4のグラフと同じ箇所に大きなピークが見られることがわかる。つまり、WCの存在に対応して出現する大きなピークが3箇所、AlNの存在に対応して出現する大きなピークが5箇所ある。その反面、W<sub>2</sub>Cの存在に対応して出現するピークは殆ど見られず、仮にあったとしてもその大きさはWC、AlNのピークに比べて無視できる程度に小さかった。以上の結果から、実施例2の試験サンプルにおけるヒータ電極層5も、W<sub>2</sub>Cを殆ど含まず、ほぼWCからなるものであることが実証された。なお、実施例1、2の結果からして、導電性ペーストP1の粒径の違いによる影響は殆どないものと考えられた。

【実施例3】実施例3における静電チャック1の試験サンプルは、熱処理工程を一段階処理とした点を除き、基本的に実施例1と同一の材料・方法により作製されたものである。ここでの熱処理工程は、具体的には、開始時における昇温速度を0.8℃/分程度に設定して、仮焼成炉によりグリーンシート積層体を1200℃まで加熱し、その温度で約15時間温度キープするものとした。その後、脱脂及びネック焼結が施されたグリーンシート積層体(即ちグリーンシート仮焼体)を常温付近の温度まで冷却した。

【0056】上記の特性評価試験及び成分分析調査を

施例3についても行ったところ、前記実施例1、2とはほぼ同様の好適な結果が得られた。

〔実施例4〕実施例4における静電チャック1の試験サンプルは、本実施形態において特徴的な熱処理工程を行うことなく、その代わりに従来の脱脂及び仮焼成を行った後に本焼成を行うことで作製されたものである。それ以外の事項については、基本的に実施例1に準拠した。なお、脱脂を700℃で1時間行い、それに続く仮焼成を1460℃で10時間行うこととした。

〔0057〕完成した実施例4における静電チャック1の試験サンプルにつき、実施例1と同じ特性評価を行った。そのデータを図3のグラフにて黒三角▲で示す。その結果、ヒータ電極層5の抵抗値の平均値は約0.97Ω、最大抵抗値は約1.37Ω、最小抵抗値は約0.72Ωであり、全体的に高抵抗化する傾向にあった。

〔0058〕また、抵抗値ばらつきは約190%であったため、実施例1(129%)には劣るものの、200%以内に収まる好適な値と言いうる結果であった。なお、基板内位置における外周領域と中心領域とを比較すると、外周領域に近づくほどヒータ電極層5の抵抗値が高くなる傾向が確認された。

〔比較例〕比較例における静電チャックの試験サンプルは、基本的には実施例3に準拠しており、しかも炭化物粒子を含まない従来のタングステンペーストを導電性ペーストとして用いて作製されたものである。

〔0059〕完成した比較例における静電チャックの試験サンプルにつき、実施例1と同じ特性評価試験を行った。そのデータを図3のグラフにて白抜き四角□で示す。その結果、ヒータ電極層の平均抵抗値は0.8Ω〜0.9Ω程度であった。即ち、平均抵抗値は実施例4と同程度であり、実施例1〜3より大きな値を示した。

〔0060〕また、最大抵抗値は約1.5Ω、最小抵抗値は約0.1Ωであったため、抵抗値ばらつきは約1500%という極めて大きい値を示した。なお、基板内位置における外周領域と中心領域とを比較すると、外周領域に近づくほどヒータ電極層5の抵抗値が小さくなる傾向が確認された。

〔0061〕図6には、X線解析を用いた成分分析の調査結果が示されている。同グラフによると、比較例は実施例1、4とは明らかに成分が異なることがわかる。即ち、WCの存在に対応して出現する大きなピークが3箇所あることに加え、W<sub>2</sub>Cの存在に対応して出現する大きなピークが4箇所あるからである。

〔0062〕以上の結果から、比較例の試験サンプルにおけるヒータ電極層は、WCのみならず多くのW<sub>2</sub>Cを含むことが明らかとなった。

〔結論〕以上の結果を総合すると、本実施形態の各実施例によれば下記のような効果を得ることができる。

〔0063〕(1) 実施例1、2、3、4では、WC粒子を含む導電性ペーストP1をあらかじめ用いて、グリ

ーンシートにヒータ電極層5を形成していることを特徴とする。従って、熱処理工程を行ったとしてもグリーンシートにおける不均一な炭化反応が起こりにくい。よって、これを本焼成すればヒータ電極層5の抵抗値の基板内ばらつきが小さい窒化アルミニウム製の焼結体、即ち多層基板2を得ることができる。従って、製造される静電チャック1は、ヒータ電極層5への通電により極めて正確に表面温度制御を行いうるものとなる。従って、シリコンウェハW1を均一に加熱することが可能となり、高品質の半導体の製造にとって好適なものとなる。

〔0064〕また、上記の製造方法によれば、仮焼成時における窒素ガスの供給量を半減することができる。従って、脱酸素を図るために大量の窒素ガスの供給が不可欠であった従来に比べ、極めて経済的となる。

〔0065〕(2) さらに実施例1、2、3では、グリーンシート積層体の熱処理工程を、W<sub>2</sub>Cの生成温度よりも低い温度域、つまり1220℃以下の温度で行うことを特徴としている。このため、WCがそれよりも抵抗の大きなW<sub>2</sub>Cに変化することが確実に防止される。よって、ヒータ電極層5の抵抗値の基板内ばらつきが小さくなるばかりでなく、さらにその抵抗値自体を小さく維持することができる。勿論、このことは正確な表面温度制御の実現、ひいては高品質半導体の製造にとってプラスに働く。

〔0066〕(3) 実施例1、2、3では、1200℃で所定時間の温度キープを行うことを特徴としているため、熱処理工程においてグリーンシート積層体を確実にネック焼結させることができる。よって、グリーンシート仮焼体に好適なハンドリング性を付与することができ、結果的に歩留まりの向上にもつながる。なお、熱処理工程の温度は250℃以上であることから、確実にグリーンシートの脱脂及びネック焼結の両方を達成することができる。また、1200℃という温度は、通常なされる仮焼成の温度よりも200℃以上低い温度である。よって、熱処理工程に要するトータル時間は、脱脂と仮焼成とを合わせたトータル時間に比べて短くて済み、従来に比べて生産性の向上が図られる。勿論、熱エネルギーの付与が少ない量で足りることから、経済的であるといえる。

〔0067〕(4) 実施例1、2、3、4の静電チャック1は、窒化アルミニウム製の多層基板2からなる。従って、基板材料を樹脂製とした場合やアルミナ製とした場合に比べて格段に耐熱性に優れており、500℃以上の高温にも耐えることができる。また、窒化アルミニウム製の多層基板2は樹脂やアルミナ等と比べて熱伝導率が大きいので、シリコンウェハW1を均一にムラなく加熱でき、高品質の半導体を得ることができる。さらに、窒化アルミニウムは樹脂やアルミナ等と比べて熱膨張係数が小さくてシリコンの熱膨張係数に近いので、ヒートサイクルに遭遇してもパーティクルを発生させにくい。



従って、半導体の製造時にシリコンウェハW1を汚染することなく、これにより歩留まり向上及び高品質化が図られる。

【0068】なお、本発明の実施形態は以下のように変更してもよい。

・ 本発明のセラミックヒータは、使用温度が $-50^{\circ}\text{C}$ ～ $250^{\circ}\text{C}$ である実施形態のようなエッチング装置用の静電チャック1にのみ具体化されるに止まらない。即ち、使用温度が $150^{\circ}\text{C}$ ～ $250^{\circ}\text{C}$ のアッシング装置用、使用温度が室温～ $500^{\circ}\text{C}$ のスパッタリング装置用、使用温度が $400^{\circ}\text{C}$ ～ $1000^{\circ}\text{C}$ のCVD装置用としても具体化されることも可能である。特に、多層基板2の内層にRF電極層を形成しておけば、プラズマCVD装置用に好適な静電チャック1とすることができる。

【0069】・ チャック電極層3、4を1層のみ形成した構成や、チャック電極層3、4を3層以上形成した構成を採用することも許容される。次に、特許請求の範囲に記載された技術的思想のほか、前述した実施形態によって把握される技術的思想を、必要に応じその効果とともに以下に列挙する。

【0070】(1) 請求項1において、前記熱処理工程は、 $250^{\circ}\text{C}$ ～ $700^{\circ}\text{C}$ の範囲内で温度キープを行う脱脂過程と、前記脱脂過程に引き続いて $900^{\circ}\text{C}$ ～ $1220^{\circ}\text{C}$ の範囲内で温度キープを行う仮焼成過程とからなる二段階処理であること。

【0071】(2) 請求項1において、前記熱処理工程は、 $900^{\circ}\text{C}$ ～ $1220^{\circ}\text{C}$ の範囲内のみで温度キープを行う一段階処理であること。

(3) 請求項1～3、技術的思想1、2のいずれか1つにおいて、前記熱処理工程の開始時における昇温速度は $1^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以下であること。従って、この技術的思想3に記載の発明によれば、一段階処理を採用したときでも充分な脱脂を達成することができる。

【0072】(4) 請求項1～3、技術的思想1～3のいずれか1つにおいて、前記本焼成工程はホットプレス焼成にて行われること。

(5) 窒化アルミニウム製の焼結体からなる基板にヒータ電極層が形成された静電チャックであって、一炭化一タングステン粒子を含む導電性ペーストを用いて、窒化アルミニウム製のグリーンシートに前記ヒータ電極層を形成し、次いで前記グリーンシートを非酸化性雰囲気下にて本焼成時よりも低い温度域で加熱する熱処理工程を行った後、前記グリーンシートを完全に焼結させる本焼成工程を行うことによって製造されたセラミックヒータ。従って、この技術的思想5に記載の発明によれば、

ヒータ電極層の抵抗値の基板内ばらつきが小さくて、半導体ウェハを均一に加熱できるセラミックヒータとすることができる。

【0073】(6) 窒化アルミニウム製の焼結体からなる基板にヒータ電極層が形成された静電チャックであって、前記基板内における前記ヒータ電極層の抵抗値ばらつき(最大抵抗値を最小抵抗値で割った値 $\times 100$ )が、 $200\%$ 以下(好ましくは $160\%$ 以下、より好ましくは $130\%$ 以下)であるセラミックヒータ。従って、この技術的思想6に記載の発明によれば、半導体ウェハをよりいっそう均一に加熱できるセラミックヒータとすることができる。

【0074】(7) 窒化アルミニウム製の焼結体からなる基板にヒータ電極層が形成された静電チャックであって、前記ヒータ電極層の平均抵抗値が $0.8\Omega$ 以下(好ましくは $0.7\Omega$ 以下、より好ましくは $0.6\Omega$ 以下)であるセラミックヒータ。

【0075】

【発明の効果】以上詳述したように、請求項1～3に記載の発明によれば、ヒータ電極層の抵抗値の基板内ばらつきが小さくて、半導体ウェハを均一に加熱することができるセラミックヒータを製造することができる。

【0076】請求項2に記載の発明によれば、上記の効果に加え、さらにヒータ電極層の抵抗値が小さいセラミックヒータを製造することができる。請求項3に記載の発明によれば、上記の効果に加え、さらにヒータ電極層の抵抗値が小さいセラミックヒータを確実に製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明を具体化した実施形態の静電チャックの概略断面図。

【図2】各種タングステン炭化物において、温度とC-Wの比率との関係を示すグラフ。

【図3】実施例1、4及び比較例において、ヒータ電極層の基板内ばらつきの様子を示すグラフ。

【図4】実施例1のサンプルにおけるヒータ電極層の成分分析データを示すグラフ。

【図5】実施例2のサンプルにおけるヒータ電極層の成分分析データを示すグラフ。

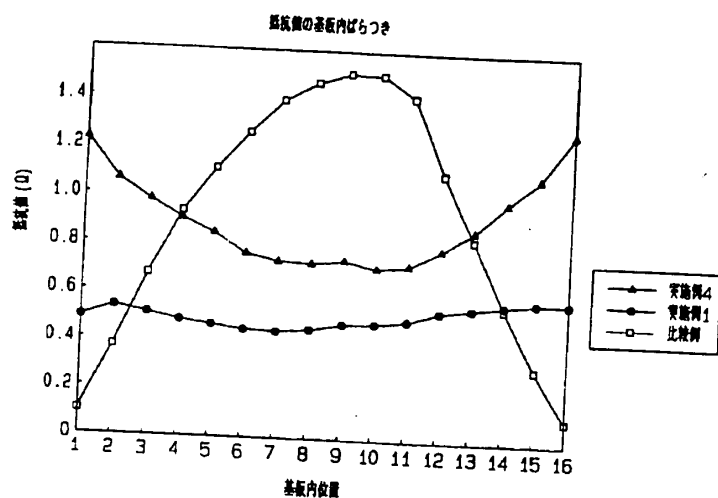
【図6】比較例のサンプルにおけるヒータ電極層の成分分析データを示すグラフ。

【符号の説明】

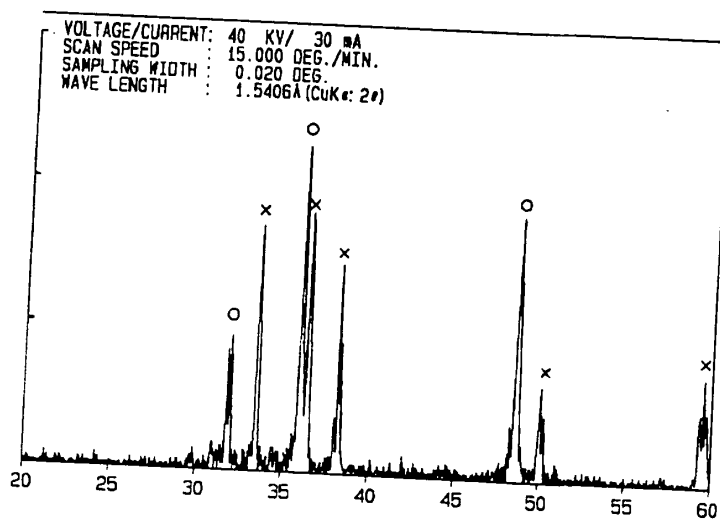
1…静電チャック、2…基板としての多層基板、5…ヒータ電極層、P1…導電性ペースト。



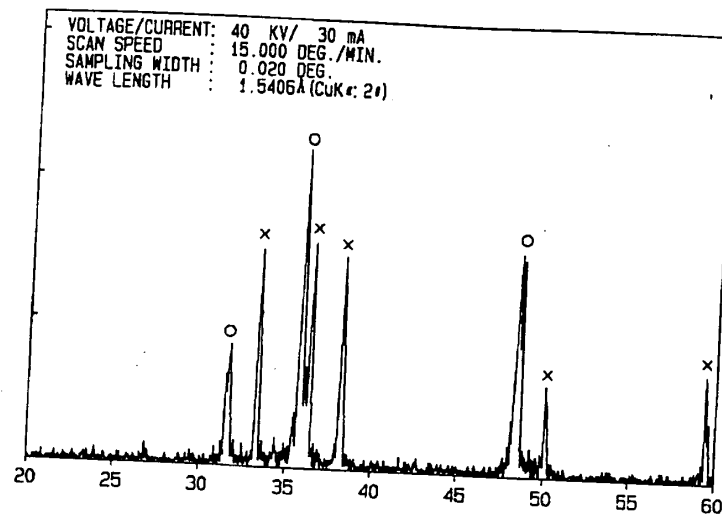
【図3】



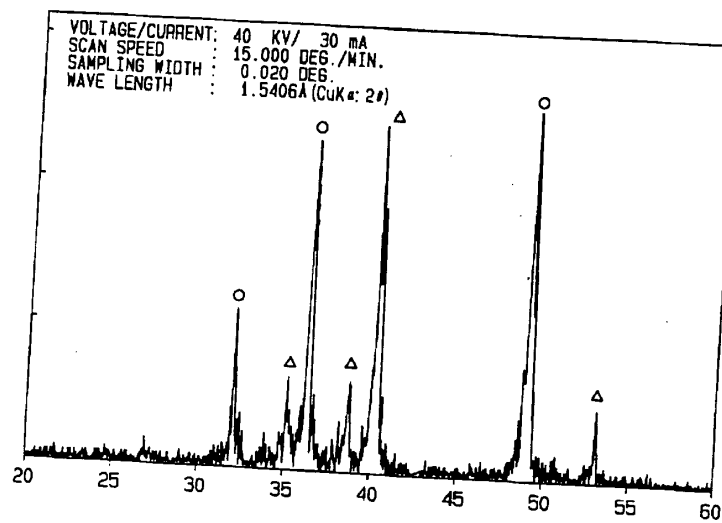
【図4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

Fターム(参考) 3K034 AA02 AA34 BB06 BB13 BC04  
 BC16 BC23 BC29 CA02 CA14  
 CA22 CA34 CA39 HA01 HA10  
 JA01  
 3K092 PP20 QA06 QB02 QB20 QB47  
 QB74 QB75 QB76 QC02 QC28  
 QC49 QC62 RF02 RF11 RF17  
 RF26 UB03 UB04 VV19 VV22